

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 07120798
PUBLICATION DATE : 12-05-95

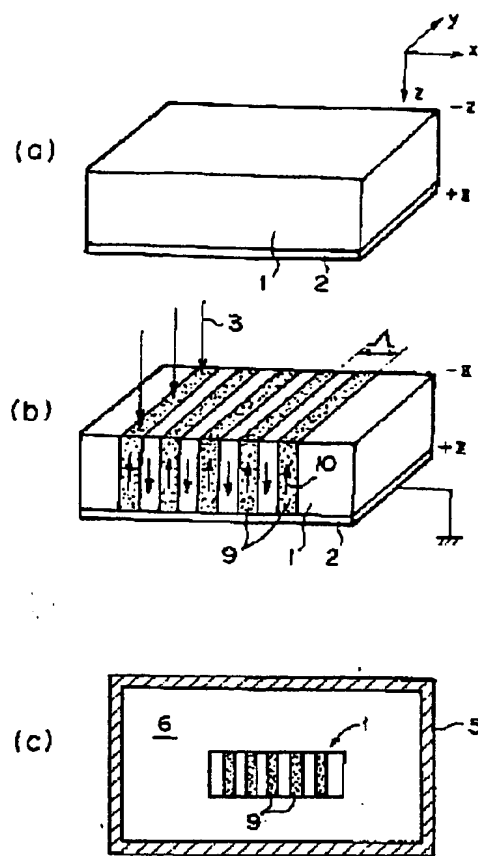
APPLICATION DATE : 25-10-93
APPLICATION NUMBER : 05266197

APPLICANT : FUJI PHOTO FILM CO LTD;

INVENTOR : HARADA AKINORI;

INT.CL. : G02F 1/37 G02F 1/35 H01S 3/109

TITLE : FORMATION OF OPTICAL
WAVELENGTH CONVERSION
ELEMENT



ABSTRACT : PURPOSE: To easily form the optical wavelength conversion element having high light damage resistance and uniform domain inversion parts by forming the domain inversion parts on an oxide ferroelectric crystal having a nonlinear optical effect and heat treating the crystal in a pressurized oxygen atmosphere.

CONSTITUTION: A Cr thin-film 2 is formed as a grounding electrode by vapor deposition on the +z face of the substrate (LN substrate) 1 of the LiNbO_3 crystal which is the oxide ferroelectric substance having the nonlinear optical effect. The substrate 1 is then locally irradiated with the electron beams 3 emitted from an electron beam irradiation device from its -z face. The domain inversion parts 9 of the patterns repeating at prescribed period are formed on the substrate 1 through the rear surface of the substrate by the irradiation with the electron beams. Thereafter, the x face and -x face of the LN substrate 1 are polished. Next, the Cr thin film 2 is removed and thereafter, the substrate 1 is put into a heating furnace 5 and is heat treated in the pressurized oxygen atmosphere. Thereafter, the substrate 1 is taken out of the heating furnace 5 and the optical wavelength conversion element having the x face and -x face of the polished substrate 1 as light transmission surfaces is obtd.

COPYRIGHT: (C) JPO

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-120798

(43) 公開日 平成7年(1995)5月12日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 2 F 1/37		9316-2K		
1/35	5 0 5	9316-2K		
H 0 1 S 3/109				

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平5-266197

(22) 出願日 平成5年(1993)10月25日

(71) 出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社
神奈川県南足柄市中沼210番地

(72) 発明者 二瓶 靖和

神奈川県足柄上郡開成町宮台798番地 富士写真フイルム株式会社内

(72) 発明者 原田 明憲

神奈川県足柄上郡開成町宮台798番地 富士写真フイルム株式会社内

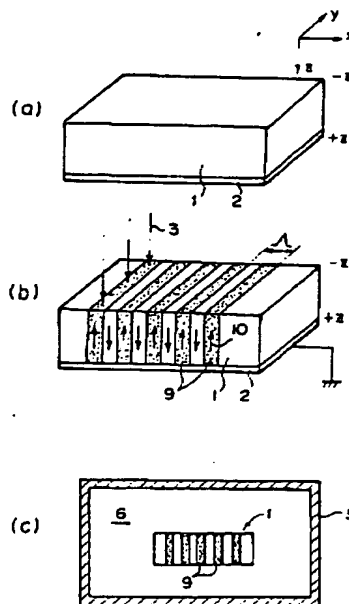
(74) 代理人 弁理士 柳田 征史 (外1名)

(54) 【発明の名称】 光波長変換素子の作成方法

(57) 【要約】

【目的】 耐光損傷性が高く、またドメイン反転部が均一な光波長変換素子を簡単に作成できる方法を得る。

【構成】 非線形光学効果を有する強誘電体であるLiNbO₃の結晶基板1に周期的に繰り返すドメイン反転部9を形成した後、この結晶基板1を加圧炉5内に収め、加圧酸素雰囲気6中で熱処理する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 非線形光学効果を有する酸化物強誘電体結晶に周期的に繰り返すドメイン反転部が形成されてなり、これらのドメイン反転部の並び方向に入射した基本波を波長変換する光波長変換素子の作成方法であって、前記酸化物強誘電体結晶にドメイン反転部を形成した後、該結晶を加圧酸素雰囲気中で熱処理することを特徴とする光波長変換素子の作成方法。

【請求項2】 前記加圧酸素雰囲気中の酸素圧力を2～10気圧の範囲内に設定することを特徴とする請求項1記載の光波長変換素子の作成方法。

【請求項3】 前記酸化物強誘電体結晶が、 LiNbO_3 、 TaO_3 、 $\text{Ta}_{1-x}\text{Nb}_x\text{O}_3$ ($0 \leq x \leq 1$) の結晶であることを特徴とする請求項1または2記載の光波長変換素子の作成方法。

* 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、基本波を第2高調波等に変換する光波長変換素子、特に詳細には、非線形光学効果を有する強誘電体結晶に周期ドメイン反転構造が形成されてなる光波長変換素子を作成する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 非線形光学効果を有する強誘電体の自発分極（ドメイン）を周期的に反転させた領域を設けた光波長変換素子を用いて、基本波を第2高調波に波長変換する方法が既にBleombergenらによって提案されている（Phys. Rev., vol. 127, No. 6, 1918 (1962) 参照）。この方法においては、ドメイン反転部の周期 Λ を、

$$\Lambda c = 2\pi / \{ \beta(2\omega) - 2\beta(\omega) \} \quad \dots\dots(1)$$

ただし $\beta(2\omega)$ は第2高調波の伝搬定数

$2\beta(\omega)$ は基本波の伝搬定数

で与えられるコヒーレント長 Λc の整数倍になるように設定することで、基本波と第2高調波との位相整合を取ることができる。非線形光学材料のバルク結晶を用いて波長変換する場合は、位相整合する波長が結晶固有の特定波長に限られるが、上記の方法によれば、任意の波長に対して(1)式を満足する周期 Λ を選択することにより、効率良く位相整合を取ることが可能となる。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 上述のような強誘電体からなる光波長変換素子においては、発生した第2高調波等の波長変換波により強誘電体結晶に光損傷が生じるという問題が認められている。例えば強誘電体結晶として酸化物強誘電体である LiNbO_3 （LN）の結晶を用い、そこに周期ドメイン反転構造を設けてなる光波長変換素子にあっては、2mW出力の第2高調波（波長：477 nm）によって光損傷が生じることもある。このように低出力の波長変換波によって光損傷を生じてしまう光波長変換素子は、実用的価値がさほど高いとは言えない。

【0004】 そこで従来より、耐光損傷性を向上させるために、上記のLNや LiTaO_3 （LT）の結晶に、結晶生成段階から MgO 、 Zn 等をドーピングさせることが行なわれている。

【0005】 しかしこのように MgO 、 Zn 等をドーピングさせた結晶は、反転ドメイン形成条件が、ドーピングしない結晶のそれと著しく異なるため、ドメイン反転部を均一に形成することが難しいという問題があった。このように光損傷に強くても、ドメイン反転部が均一に形成されていない光波長変換素子は、高い波長変換効率を得ることができないので、やはり実用的価値がさほど高いとは言えない。

【0006】 また、同様に耐光損傷性を向上させるため

に、強誘電体結晶を加温したりそこに電場を印加する方法（特願平5-56613号明細書参照）や、強誘電体結晶表面に導電性膜やプロトン交換層等の低抵抗層を形成する構成（特願平5-29207号明細書参照）も提案されている。このような手法は耐光損傷性を向上させる上で確かに効果的であるが、その反面、光波長変換デバイスの構成が複雑化したり、光波長変換素子の作成方法が煩雑化するという問題も認められる。

【0007】 本発明は上記の事情に鑑みてなされたものであり、耐光損傷性が高く、またドメイン反転部が均一な光波長変換素子を簡単に作成できる方法を提供することを目的とするものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明による光波長変換素子の作成方法は、非線形光学効果を有するLN、LT等の酸化物強誘電体結晶に周期的に繰り返すドメイン反転部が形成されてなり、これらのドメイン反転部の並び方向に入射した基本波を波長変換する光波長変換素子を作成する際、上記酸化物強誘電体結晶にドメイン反転部を形成した後、該結晶を加圧酸素雰囲気中で熱処理することを特徴とするものである。

【0009】

【作用および発明の効果】 酸化物強誘電体結晶に対して、上述のような加圧酸素雰囲気中で熱処理を施すと、その耐光損傷性が著しく向上する。これは、酸化物強誘電体結晶中の酸素欠陥が少なくなると、結晶性が向上するためであると考えられる。

【0010】 また、本発明による光波長変換素子の作成方法は、耐光損傷性向上のための熱処理を施す前に酸化物強誘電体結晶にドメイン反転部を形成するものであるから、ドメイン反転部の形成に、耐光損傷性向上のための処理が影響することがない。よって本発明方法によれば、反転ドメイン形成条件は従来から知られている最適条件に設定して、均一なドメイン反転部を形成すること

ができ、それと耐光損傷性向上とを両立させることができる。

【0011】また、上記の熱処理は結晶のアニールを兼ねることになるので、ドメイン反転部の屈折率段差が減少し、内部損失を著しく低下させる効果も得られる。

【0012】

【実施例】以下、図面に示す実施例に基づいて本発明を詳細に説明する。図1は、本発明の一実施例により光波長変換素子を作成する工程を示すものである。図中、1は非線形光学効果を有する酸化物強誘電体であるLiNbO₃（以下、LNと称する）結晶の基板である。このLN基板1は単分極化処理がなされて厚さ0.2mmに形成され、最も大きい非線形光学材料定数d₃₃が有効に利用できるように、z面で光学研磨されたz板が使用されている。そして同図(a)に示すように、この基板1の+z面にはアース電極として、厚さ30nmのCr薄膜2が蒸着により形成される。

【0013】次いで同図(b)に示すように、公知の電子線照射装置（図示せず）から発せられた電子線3を、基板1に-z面から局所的に照射する。この際の電子線加速電圧は一例として20〜30kV、照射電流は0.1〜1nAに設定される。この電子線照射により基板1には、基板裏まで貫通し、所定周期Λで繰り返すパターンのドメイン反転部9が形成される。なお図1(b)の矢印10は、分極の方向を示している。ここで上記周期Λは、LNの屈折率の波長分散を考慮して、基板1のx方向に沿って946nm近辺で1次の周期となるように4.7μmとした。その後、このLN基板1のx面および-x面を研磨する。

【0014】次に同図(c)に示すように、Cr薄膜2を除去した後、この基板1を加圧炉5内に収め、加圧酸素雰囲気6中で熱処理する。このときの条件は、一例として酸素圧力を9気圧、昇温速度を10℃/分、熱処理は550℃×1時間、降温速度を-10℃/分とする。なお一般には、酸素圧力を2〜10気圧の範囲内に設定すると、好ましい結果が得られる。

【0015】その後基板1を加圧炉5から取り出し、上記のように研磨された該基板1のx面および-x面をそれぞれ光透過面20a、20bとすることにより、図2に示すようなバルク結晶型の光波長変換素子20が得られる。

【0016】この周期ドメイン反転構造を有するバルク結晶型光波長変換素子20を、図2に示すレーザダイオード励起YAGレーザの共振器内に配置した。このレーザダイオード励起YAGレーザは、波長809nmのポンピング光としてのレーザビーム13を発するレーザダイオード14と、発散光状態のレーザビーム13を収束させる集光レンズ15と、Nd（ネオジウム）がドープされたレーザ媒質であって上記レーザビーム13の収束位置に配されたYAG結晶16と、このYAG結晶16の前方側（図中右方）に配された共振器ミラー17とからなる。光波長変換

素子20は結晶長が1mmとされ、この共振器ミラー17とYAG結晶16との間に配置されている。

【0017】YAG結晶16は波長809nmのレーザビーム13により励起されて、波長946nmのレーザビーム18を発する。この固体レーザビーム18は、所定のコーティングが施されたYAG結晶端面16aと共振器ミラー17のミラー面17aとの間で共振し、光波長変換素子20に入射して波長が1/2すなわち473nmの第2高調波19に変換される。基本波としての固体レーザビーム18と第2高調波19は、周期ドメイン反転領域において位相整合（いわゆる疑似位相整合）し、ほぼこの第2高調波19のみが共振器ミラー17から出射する。

【0018】本例において、光波長変換素子20の光損傷しきい値は100mWであった。それに対して、前述の加圧酸素雰囲気中での熱処理を行なう前の端面研磨（x面および-x面の研磨）までがなされたLN基板1を、上記レーザダイオード励起YAGレーザの共振器内に配置して光波長変換素子として使用したときの光損傷しきい値は10mWであった。つまり上記の熱処理により、耐光損傷性は10倍に向上している。

【0019】また、上記熱処理の前になされるドメイン反転部9の形成においては、この熱処理と何ら関わりなく反転ドメイン形成条件を最適に設定して、均一なドメイン反転部9を形成することができる。さらに、上記の熱処理はLN基板1のアニールを兼ねることになるので、ドメイン反転部9の屈折率段差が減少し、内部損失を著しく低減する効果も得られる。

【0020】なお上記の実施例においては、酸化物強誘電体結晶を加圧酸素のみからなる雰囲気中で熱処理しているが、安全性を考慮して、酸素と例えば窒素等の不活性ガスとの混合ガスを加圧した雰囲気中で熱処理するようにしても構わない。

【0021】また以上は、酸化物強誘電体結晶としてLNを用いる場合に適用した実施例について説明したが、本発明はそれ以外の酸化物強誘電体結晶、例えば前述のLT等から光波長変換素子を作成する場合にも同様に適用可能である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例により光波長変換素子を作成する様子を示す概略図

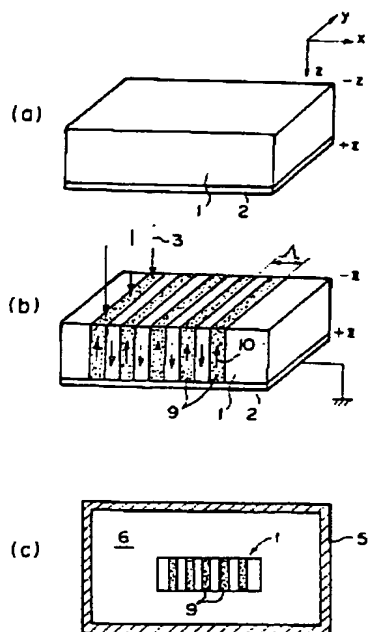
【図2】上記光波長変換素子を備えた固体レーザの側面図

【符号の説明】

- | | |
|----|--------------------------------|
| 1 | LiNbO ₃ 、単分極化基板（z板） |
| 2 | Cr薄膜 |
| 3 | 電子線 |
| 5 | 加圧炉 |
| 6 | 加圧酸素雰囲気 |
| 9 | ドメイン反転部 |
| 13 | レーザビーム（ポンピング光） |

- 5
- 14 レーザダイオード
 - 15 集光レンズ
 - 16 YAG結晶
 - 17 共振器ミラー

【図1】



(4)

特開平7-120798

- 6
- 18 レーザビーム（基本波）
 - 19 第2高調波
 - 20 バルク結晶型光波長変換素子

【図2】

